☐ Include in patent order

## MicroPatent® Worldwide PatSearch: Record 1 of 1

[no drawing available]

Family Lookup

JP2002229259

ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING COLOR TONER  
DAINIPPON INK & CHEM INC

Inventor(s): NAKAMURA MASANOBU ; SATO YOSHIHIRO ; OGURA KATSUYUKI

Application No. 2001021553 , Filed 20010130 , Published 20020814

### Abstract:

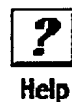
**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an electrostatic charge image developing yellow toner excellent in color reproducibility and transparency, exhibiting stable electrostatic charge behavior even in continuous printing, giving a good image of high image quality, having good fixability even under conditions of a low energy fixation such as a low temperature fixation or a short time fixation and excellent also in anti-offsetting property.

**SOLUTION:** The electrostatic charge image developing color toner contains at least a binder resin and an isoindolinone-based organic dye and the binder resin in a polyester resin obtained by reacting monomer components including (A) a polybasic acid compound selected from among polybasic acids whose basicity is  $\geq 2$  and/or acid anhydride and/or their lower alkyl esters and (B) an aliphatic polyhydric alcohol having  $\geq 2$  OH groups.

Int'l Class: G03G009087 G03G009097 G03G00909 G03G00908

MicroPatent Reference Number: 002376337

COPYRIGHT: (C) 2002 JPO



For further information, please contact:

[Technical Support](#) | [Billing](#) | [Sales](#) | [General Information](#)

**BEST AVAILABLE COPY**

## 参考資料5

45

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-229259

(P 2002-229259A)

(43) 公開日 平成14年8月14日 (2002.8.14)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード (参考)
G03G 9/087		G03G 9/08 365	2H005
9/097		331	
9/09		346	
9/08	365	361	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全16頁)

(21) 出願番号 特願2001-21553 (P 2001-21553)

(22) 出願日 平成13年1月30日 (2001.1.30)

(71) 出願人 000002886

大日本インキ化学工業株式会社

東京都板橋区坂下3丁目35番58号

(72) 発明者 中村 正延

埼玉県蕨市中央1-17-30 ルネ蔵1-70  
9

(72) 発明者 佐藤 義浩

埼玉県上尾市南91-13

(72) 発明者 小倉 克之

埼玉県大宮市大和田町1-1662-9

(74) 代理人 100088764

弁理士 高橋 勝利

Fターム (参考) 2H005 AA01 AA06 AA21 CA08 CA14

CA21 CA25 DA01

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用カラートナー

(57) 【要約】

【課題】 色再現性、透明性に優れ、かつ、連続印刷した際も安定な帯電挙動を示し、良好な高画質画像が得られ、低塩定着、あるいは短時間定着のような低エネルギー定着条件においても良好な定着性を示し、耐オフセット性にも優れた黄色系の静電荷像現像用カラートナーを提供する。

【解決手段】 少なくともバインダー樹脂およびイソインドリノン系有機顔料を含有する静電荷像現像用カラートナーであって、前記バインダー樹脂が、(A) 2価以上の多塩基酸及び／又は酸無水物及び／又はこれらの低級アルキルエステルから選ばれる多塩基酸化合物 (B) 2価以上の脂肪族多価アルコールを含む単量体成分を反応させて得られるポリエステル樹脂で静電荷像現像用カラートナーを用いる。

46 (2)

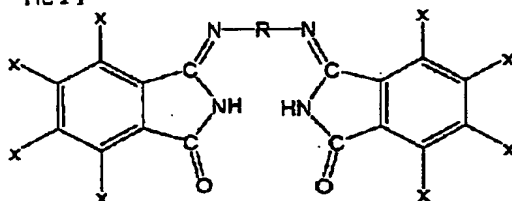
特開 2002-229259

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくともバインダー樹脂および有機顔料を含有する静電荷像現像用カラートナーであって、前記バインダー樹脂が、(A) 2 価以上の多塩基酸及び／又は酸無水物及び／又はこれらの低級アルキルエステルから選ばれる多塩基酸化合物 (B) 2 価以上の脂肪族多価アルコールを含む単量体成分を反応させて得られるポリエステル樹脂であり、前記有機顔料が下記<一般式 1>の有機顔料であることを特徴とする静電荷像現像用カラートナー。

<一般式 1>

【化 1】



(式中、R は単結合、プロペニレン基、アリーレン基ま

たは炭素数 1~3 のアルキレン基、X は水素原子、ハロゲン原子または炭素数 1~5 のアルキル基を示し、前記プロペニレン基、アリーレン基および炭素数 1~3 のアルキレン基は、置換基を有していてもよい)

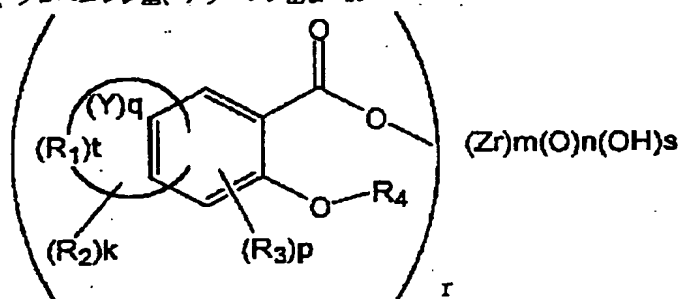
【請求項 2】 前記多塩基酸化合物がナフタレンジカルボン酸及び／又はその酸無水物及び／又はその低級アルキルエステルを全酸成分に対し 5 モル%以上の比率で含有することを特徴とする請求項 1 記載の静電荷像現像用カラートナー。

10 【請求項 3】 前記脂肪族多価アルコールが 1, 4-シクロヘキサジメタノールを全アルコール成分に対し 5 モル%以上の比率で含有することを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の静電荷像現像用カラートナー。

【請求項 4】 更に帯電制御剤として下記<一般式 2>及び／又は<一般式 3>の化合物を含有することを特徴とする請求項 1、2 又は 3 のいずれかに記載の静電荷像現像用カラートナー。

<一般式 2>

【化 2】

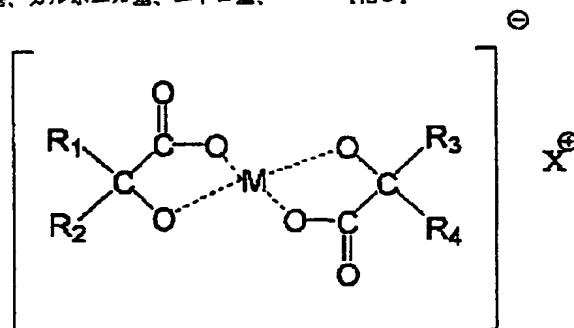


(式中、R<sub>1</sub> は 4 級炭素、メチン、メチレンであり、N、S、O、P のヘテロ原子を含んでいてもよく、Y は飽和結合又は不飽和結合で結ばれた環状構造を表し、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub> は相互に独立してアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、置換基を有しても良いアリール基又はアリールオキシ基又はアラルキル基又はアラルキルオキシ基、ハロゲン基、水素、水酸基、置換基を有しても良いアミノ基、カルボキシル基、カルボニル基、ニトロ基、

ニトロソ基、スルホニル基、シアノ基を表し、R<sub>4</sub> は水素又はアルキル基を表し、t は 0 ないし 1 から 12 の整数、m は 1 から 20 の整数、n は 0 ないし 1 から 20 の整数、k は 0 ないし 1 から 4 の整数、p は 0 ないし 1 から 4 の整数、q は 0 ないし 1 から 3 の整数、r は 1 から 20 の整数、s は 0 又は 1 ないし 20 の整数である。)

<一般式 3>

【化 3】



3

(式中、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は水素原子、アルキル基、置換又は非置換の芳香環(縮合環も含む)を示し、R<sub>3</sub>およびR<sub>4</sub>は置換又は非置換の芳香環(縮合環も含む)を示し、MはB、Al、Fe、Ti、Co、Crから選ばれる1種の3価の金属を示し、X<sup>+</sup>はカチオンを示す)

【請求項5】更に離型剤として高級脂肪酸エステル化合物及び/又は脂肪族アルコール化合物を含有するワックスを含むことを特徴とする請求項1、2、3または4のいずれかに記載の静電荷像現像用カラートナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真、静電記録、静電印刷などにおける静電荷像を現像するための静電荷像現像用カラートナーに関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真法により可視画像を得るためのトナー組成物として、多くはカーボンブラックの如き黒色着色剤をバインダー樹脂中に分散させたものが使用されている。しかしながら、最近では、シアン顔料、マゼンタ顔料、イエロー顔料又はその他の有彩色顔料をバインダー中に分散させたカラートナーも使用されており、これらのカラートナーを用いたフルカラーあるいはモノカラーの複写機、プリンタが開発されている。

【0003】このようなカラートナーに要求される特性としては、印刷後の画像が鮮やかな発色性を有すること、多色印刷を行った際の色重ねに於いて優れた透明性を発揮して色濁りの生じない鮮明な色再現性を有すること、あるいは、オーバーヘッドプロジェクター(以下、OHPという)シート上に転写・定着して得たカラー画像をスクリーン上に投影した際に濁りのない鮮明な色を写し出すこと、等の色再現特性が求められている。

【0004】さらに、トナー画像を定着する方式としては、ヒートロール定着方式が広く一般的に用いられているが、その際における良好な定着性及び耐オフセット性もカラートナーに求められる重要な特性である。最近のカラー複写機、あるいはプリンタにおいては、処理速度の高速化が行われて、定着温度はより低温に、定着時間もより短時間となってきた。さらに、マシン構造の簡略化およびメンテナンスの容易さを実現するため、定着用のヒートロールにオフセット防止用のオイルを塗布しないオイルレス定着方式が開発され、これに適したカラートナーの要求が強まっている。

【0005】このように、カラートナーには、より低エネルギーで定着し、しかも、できるだけ広い温度領域で耐オフセット性を有することが求められている。一方では、高温下での保存、あるいは運搬の際にトナーが溶けて粒子同士が熱凝集して固まることを防ぐため、より高いT<sub>g</sub>のバインダー樹脂を用いることが必要となっている。

【0006】一般にカラートナーの組成は、バインダー

(3) 57

特開 2002-229259

4

樹脂と着色剤を主成分として、その他の種々の添加剤とからなる。カラートナー用のバインダー樹脂としてはポリエステル樹脂が広く用いられている。しかしながら、これまで用いられてきたポリエステル樹脂では、現在求められている低温領域から高温領域までの広い温度範囲での定着性能、耐オフセット性能を十分に満足するトナー用のポリエステル樹脂は得られていない。

【0007】また、カラー複写機及びプリンタの現像方式には、トナーとキャリアを用いる二成分現像方式と、キャリアを使用しない非磁性一成分現像方式とがあるが、最近では印刷処理速度の高速化に伴って、それに対応したカラートナーの現像特性の向上が要求されてきている。例えば、高速印刷時の地汚れの解消、ベタ画像の均一性、細線の再現性、等の画像品質の向上、及びマシン内部へのトナーの飛散や現像装置からのトナーのこぼれの解消等である。

【0008】これまで種々のカラートナーに関する技術が開示されてきたが、特に黄色系のカラートナーに関しては、最近の高速印刷処理において、低エネルギーで定着して、かつ、十分な耐オフセット性能を有し、マシン内部を汚染せずに高画質の印刷画像が得られるトナーは得られていない。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、色再現性、透明性に優れ、かつ、連続印刷した際も安定な帯電挙動を示し、良好な高画質画像が得られる黄色系の静電荷像現像用カラートナーを提供することにある。

【0010】また、本発明の他の目的は低温定着、あるいは短時間定着のような低エネルギー定着条件においても良好な定着性を示し、耐オフセット性にも優れた黄色系の静電荷像現像用カラートナーを提供することにある。

【0011】

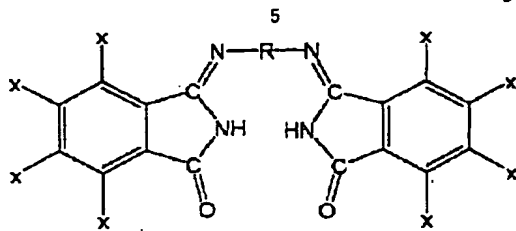
【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、特定の構造の黄色系顔料と脂肪族系の多価アルコールを反応させたポリエステル樹脂を用いたカラートナーを使用することにより前記課題が解決できることを見出し本発明を完成するに至った。

【0012】即ち、本発明は、少なくともバインダー樹脂および有機顔料を含有する静電荷像現像用カラートナーであって、前記バインダー樹脂が、(A) 2価以上の多塩基酸及び/又は酸無水物及び/又はこれらの低級アルキルエステルから選ばれる多塩基酸化合物(B) 2価以上の脂肪族多価アルコールを含む単量体成分を反応させて得られるポリエステル樹脂であり、前記有機顔料が下記<一般式1>の有機顔料であることを特徴とする静電荷像現像用カラートナーを提供するものである。

<一般式1>

【化4】

50



(式中、Rは単結合、プロペニレン基、アリーレン基または炭素数1～3のアルキレン基、Xは水素原子、ハロゲン原子または炭素数1～5のアルキル基を示し、前記プロペニレン基、アリーレン基および炭素数1～3のアルキレン基は、置換基を有していてもよい)

#### 【0013】

【発明の実施の形態】次に本発明を詳細に説明する。本発明で用いられる、2価以上の多塩基酸及び/又は酸無水物及び/又はこれらの低級アルキルエステルから選ばれる多塩基酸化合物(A)としては、例えば無水フタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、オルソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、アジピン酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、テトラヒドロ無水フタル酸、シクロヘキサレンジカルボン酸、コハク酸、マロン酸、グルタル酸、アゼライン酸、セバシン酸等のジカルボン酸又はその誘導体又はそのエステル化物が、また、例えばトリメリット酸、無水トリメリット酸、ピロメリット酸、無水ピロメリット酸等の三官能以上の多価カルボン酸又はその誘導体又はそのエステル化物が挙げられる。

【0014】また、2価以上の脂肪族多価アルコール(B)としては、例えば1, 4-シクロヘキサジメタノール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、エチレンオキサイド-プロピレンオキサイドランダム共重合体ジオール、エチレンオキサイド-プロピレンオキサイドブロック共重合体ジオール、エチレンオキサイド-テトラヒドロフラン共重合体ジオール、ポリカプロラクタジオール等のジオールが、また、ソルビトール、1, 2, 3, 6-ヘキサントラオール、1, 4-ソルビタン、ペンタエリスリトール、1, 2, 4-ブタントリオール、1, 2, 5-ペンタントリオール、グリセリン、2-メチルプロパントリオール、2-メチル-1, 2, 4-ブタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、1, 3, 5-トリメチロールベンゼン、等の三官能以上の多価アルコールが挙げられる。

【0015】また、上記(A)のカルボン酸化合物と反応する脂肪族系のアルコール成分(B)として、ネオペンチルグリコールジグリシジルエーテル、グリセリント

特開2002-229259

6

リグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテル、トリメチロールエタントリグリシジルエーテル、ペンタエリスリトールテトラグリシジルエーテル、等のエポキシ化合物も用いることができる。

【0016】本発明においては上記脂肪族多価アルコールと共に、例えば以下に例示した芳香族ジオールを併用して用いることができる。本発明で用いることのできる芳香族ジオールとは、ポリオキシエチレン-(2, 0)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及びその誘導体、ポリオキシプロピレン-(2, 0)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(2, 2)-ポリオキシエチレン-(2, 0)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(6)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(2, 2)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(2, 4)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、ポリオキシプロピレン-(3, 3)-2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン及びその誘導体、等である。

【0017】さらに、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、等の芳香族系のエポキシ化合物も必要に応じて用いることができる。

【0018】本発明では脂肪族多価アルコールを用いることによりポリエステル樹脂における分子鎖のフレキシビリティが良好となり、例えば、キャリアと混合して二成分現像剤として用いた場合、現像装置内でキャリアが受けるストレスを緩和する効果があり、キャリア表面の樹脂被覆層が剥離するのを防ぎ、結果として現像剤の寿命が延びるという効果が得られる。

【0019】また、非磁性一成分現像装置は現像スリーブロールと帯電ブレード等の帯電付与部材を圧接させ、両者の間隙にトナーを通過させ、そこを通過する瞬間にトナーを帯電させる方式である。この現像方式の装置に本発明によるトナーを用いたときは、現像スリーブロールと帯電付与部材の間隙を通過する際に加えられる強力なシエアに対して、分子鎖のフレキシビリティが有効に働き、トナー粒子が潰されたりブレードに付着することがない。

【0020】また、ポリエステル主鎖が軟質化することにより低温での定着性が改善される。さらに、定着・オフセット性能を改善する目的で、トナー中にワックスを添加することは一般的に用いられる手段であるが、本発明における脂肪族系多価アルコールを用いたポリエステル樹脂では特にワックス類との相溶性が良好であり、低温での定着性能及び耐オフセット性がさらに改良される。

(5) 49

特開 2002-229259

8

【0021】したがって、上記芳香族ジオールは本発明の主旨を損なわない範囲で用いる必要がある。上記芳香族ジオールを用いる量は全アルコール成分に対して5モル%未満であることが望ましい。より好ましくは3モル%以下である。

【0022】また、本発明で用いるカルボン酸成分としては、ナフタレンジカルボン酸、及び/またはその低級アルキルエステルとして、ジメチルナフタレート、ジエチルナフタレート、ジブチルナフタレート等がより好適に用いられる。これらの化合物は全酸成分の5モル%以上を用いることが必要であり、より好ましくは10モル%以上である。

【0023】ナフタレン環構造を含むモノマーは樹脂のT<sub>g</sub>を上げるのに効果があり、樹脂の耐熱凝集性が向上する。特にアルコール成分として軟質の脂肪族系ジオールを主体に用いた系においては、樹脂のT<sub>g</sub>の低下を抑えることができ、脂肪族系ジオールを用いることによる低温定着性とナフタレンジカルボン酸による耐熱凝集性の両方を併せ持つ樹脂を得ることができる。

【0024】さらに、多価アルコール成分としては、1, 4-シクロヘキサジメタノールを用いるのが好ましい。好ましい使用量は全アルコール成分の5モル%以上である。10モル%以上使用するのがより好ましい。1, 4-シクロヘキサジメタノールを使用することにより樹脂のT<sub>g</sub>を上げることができ、耐熱凝集性がより向上する。本発明に用いるポリエステル樹脂としては、ナフタレンジカルボン酸と1, 4-シクロヘキサジメタノールを共に用いた樹脂であることが好ましい。

【0025】本発明におけるポリエステル樹脂は、例えば触媒の存在下で上記の原料成分(A)(B)を用いて脱水縮合反応或いはエステル交換反応を行うことにより得ることができる。この際の反応温度及び反応時間は、特に限定されるものではないが、通常150~300℃で2~24時間である。

【0026】上記反応を行う際の触媒としては、例えばテトラブチルチタネート、酸化亜鉛、酸化第一銅、ジブチル錫オキサイド、ジブチル錫ジラウレート、パラトルエンスルホン酸等を適宜使用する事が出来る。

【0027】本発明に用いられるポリエステル樹脂のガラス転移温度(T<sub>g</sub>)は50℃以上のものが好ましいが、中でも、そのT<sub>g</sub>が55℃以上のものが特に好ましい。T<sub>g</sub>が50℃以下ではトナーが保存、運搬、あるいはマシンの現像装置内部で高温下に晒された場合にブロッキング現象(熱凝集)を生じやすい。

【0028】また、本発明に使用されるポリエステル樹脂の軟化点としては、90℃以上、中でも、90℃~180℃の範囲のものが好ましい、より好ましくは、95℃~160℃の範囲である。軟化点が90℃未満の場合は、トナーが凝集現象を生じやすく、保存時や印字の際にトラブルになりやすく、180℃を越える場合には定

着性が悪くなることが多い。

【0029】さらに、フルカラートナーとして、特に、色重ね時の色再現性やOHPシート上に定着させた際の透明性を要求される場合には、ポリエステル樹脂の軟化点としては、90℃~130℃の範囲のものが好ましい、より好ましくは、95℃~120℃の範囲である。

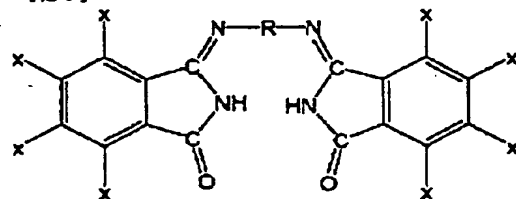
【0030】本発明のポリエステル樹脂の酸価としては、20mg KOH/g以下であることが、トナーの耐湿性が良好となる点で好ましい。

【0031】本発明では<一般式1>の有機顔料を使用するが、この構造の顔料を使用することにより従来トナーで通常用いられてきた黄色系有機顔料、例えばアゾ系のC. I. Pigment Yellow 17や非アゾ系であるベンズイミダゾロン系のC. I. Pigment Yellow 180等に比較して色再現性、透明性を保持しながら、連続印刷した際に安定な帯電挙動を示し、結果として良好な高画質画像を得ることができる。

<一般式1>

【0032】

【化5】



(式中、Rは単結合、プロピレン基、アリーレン基または炭素数1~3のアルキレン基、Xは水素原子、ハロゲン原子または炭素数1~5のアルキル基を示し、前記プロピレン基、アリーレン基および炭素数1~3のアルキレン基は、置換基を有していてもよい)

【0033】特に、本発明における脂肪族系のアルコールを用いたポリエステル樹脂をバインダーとして、<一般式1>の有機顔料を用いたトナーにおいては、これを非磁性一成分現像方式の現像装置に用いた場合、現像スリーブと帯電付与部材の間隙を通過する際に瞬時に初期の帯電量に達することができ、しかも長時間の印刷においても適度な帯電量を保持することができ、優れた印刷適正の現像剤を得ることができる。

【0034】非磁性一成分現像方式の現像装置に用いられたトナーの帯電量はトナーが現像スリーブとそれに圧接されたブレード等の帯電付与部材との間を通過した直後の帯電量として評価される。測定方法には種々の方法があるが、例えば出口側にフィルター層を具備したファラデーゲージを介し現像スリーブ上に付着したトナーを吸引し、ファラデーゲージ内にトラップされたトナーの重量及び電荷量により帯電量(Q/M)を算出する方法がある。また、現像スリーブの表面電位を測定することによりトナーの帯電量とする方法がある。本発明のトナ

50 (6)

特開2002-229259  
10

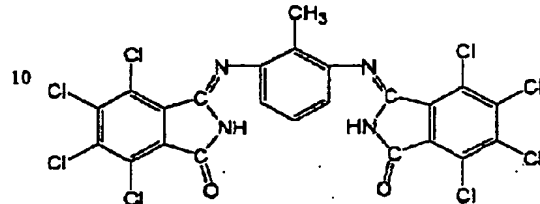
9  
一では印刷初期から所期の帯電量を示し、長時間の印刷においても帯電量の変動が少ない。

【0035】さらに、本発明で使用する<一般式1>の有機顔料は、分子構造中にベンジジン骨格を有さないため、ジスアゾ系の顔料のように分解生成物が安全衛生上問題とされることがない。

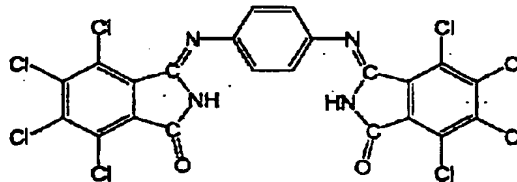
【0036】前記<一般式1>の顔料はイソインドリノン系の黄色顔料であり、具体例としては、例えば、C. I. Pigment Yellow 110 (例えば、大日本インキ化学工業(株)製、商品名:ファストゲンイエロー-GRO)、C. I. Pigment Yellow 109 (例えば、チバガイギー社製、商品名:イエロー-2RLT)、C. I. Pigment Yellow 137 (例えば、大日本インキ化学工業(株)製、商品名:スーパーイエロー-GROH)、C. I. Pigment Yellow 173 (例えば、チバガイギー社製、商品名:サンドリンイエロー-6GL)等が挙げられ、これらは、単独または2種以上を混合して使用することができる。

【0037】以上の中でも特にC. I. Pigment Yellow 110、C. I. Pigment Yellow 109が好ましい。特に好ましいのはC. I. Pigment Yellow 110である。それぞれの構造は以下の通りである。

【0038】  
【化6】



<C. I. Pigment Yellow 109>  
【0039】  
【化7】



<C. I. Pigment Yellow 110>

【0040】本発明における着色剤の使用量は、結着樹脂100重量部当たり1~20重量部の範囲が好ましく、2~15重量部の範囲がより好ましく、2~10重量部の範囲が特に好ましい。

【0041】本発明では<一般式1>記載の有機顔料に加えて、色相を調整するため他の着色剤を添加して用いることができる。そのような着色剤としては、周知のものがあげられるが、例えば青系の着色剤としてはフタロシアニン系のC. I. Pigment Blue 15-3、インダンスロン系のC. I. Pigment Blue 60等が、赤系の着色剤としてはキナクリドン系のC. I. Pigment Red 122、アゾ系のC. I. Pigment Red 22、C. I. Pigment Red 48:1、C. I. Pigment Red 48:3、C. I. Pigment Red 57:1等が、黄系の着色剤としてはアゾ系のC. I. Pigment Yellow 12、C. I. Pigment Yellow 13、C. I. Pigment Yellow 14、C. I. Pigment Yellow 17、C. I. Pigment Yellow 97、C. I. Pigment Yellow 155、ベンズイミダゾロン系のC. I. Pigment Yellow 151、C. I. Pigment Yellow 50

154、C. I. Pigment Yellow 180、等がある。

【0042】以上挙げた顔料は本発明の目的を損なわない範囲で本発明で用いる<一般式1>の黄色系顔料と併用することができる。例えば、フタロシアニン顔料と組み合わせることにより緑色系のトナーにすることもできるし、キナクリドン顔料と組み合わせることにより橙色系のトナーとすることもできる。<一般式1>の顔料と他の顔料を併用する場合は、<一般式1>の顔料の使用量は40重量%以上が好ましく、より好ましくは50重量%以上である。更に好ましくは60重量%以上である。

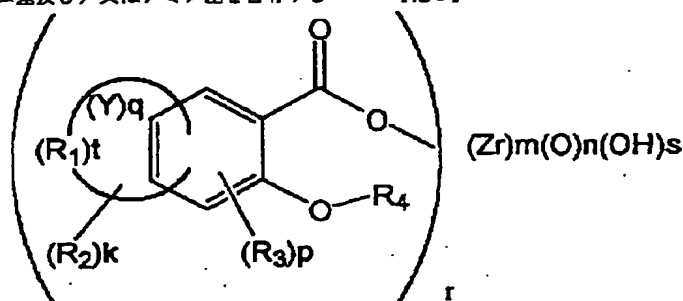
【0043】本発明では必要に応じて帯電制御剤を用いることができる。例えば正帯電制御剤としてニグロシン系染料、トリフェニルメタン系染料、4級アンモニウム塩、4級アンモニウム基及び/又はアミノ基を含有する樹脂等が、負帯電制御剤としてトリメチルエタン系染料、サリチル酸の金属錯塩、ベンジル酸の金属錯塩、銅フタロシアニン、ペリレン、キナクリドン、アゾ系顔料、金属錯塩アゾ系染料、アゾクロムコンプレックス等の重金属含有酸性染料、カリックスアレン型のフェノール系縮合物、環状ポリサッカライド、カルボキシル基及び/又はスルホン基を含有する樹脂、等がある。

【0044】特に、本発明においては、無色の帯電制御

特開 2002-229259

11

剤を使用するのが望ましく、負の帯電制御剤としてはサリチル酸の金属錯化合物としてオリエント化学社製「ポントロンE-84」が、また、無色の正帯電制御剤としては4級アンモニウム塩構造のTP-302、TP-415、TP-610；（保土谷化学製）、ポントロンP-51；（オリエント化学製）、コピーチャージPSY（クラリアントジャパン）等が好適に用いられる。また、4級アンモニウム基及び/又はアミノ基を含有する



（式中、R<sub>1</sub>は4級炭素、メチン、メチレンであり、N、S、O、Pのヘテロ原子を含んでもよく、Yは飽和結合又は不飽和結合で結ばれた環状構造を表し、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>は相互に独立してアルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、置換基を有しても良いアリール基又はアリールオキシ基又はアラルキル基又はアラルキルオキシ基、ハロゲン基、水素、水酸基、置換基を有しても良いアミノ基、カルボキシル基、カルボニル基、ニトロ基、ニトロソ基、スルホニル基、シアノ基を表し、R<sub>4</sub>は水

正帯電性の樹脂型帯電制御剤としては、「FCA-201-PS」（藤倉化成（株））等が挙げられる。

【0045】中でも、本発明において特に好適に用いることができる帯電制御剤としては、下記<一般式2>の化合物、及び<一般式3>の化合物がある。

&lt;一般式2&gt;

【0046】

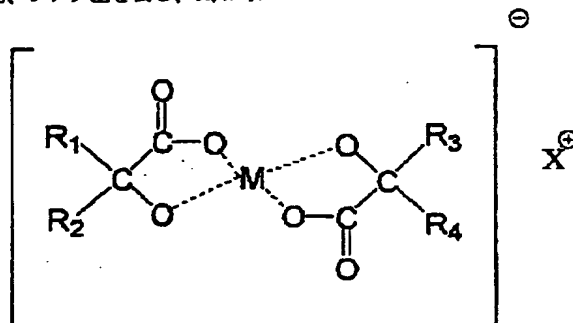
【化8】

素又はアルキル基を表し、tは0ないし1から12の整数、mは1から20の整数、nは0ないし1から20の整数、kは0ないし1から4の整数、pは0ないし1から4の整数、qは0ないし1から3の整数、rは1から20の整数、sは0又は1ないし20の整数である。）

【0047】&lt;一般式3&gt;

【0048】

【化9】



（式中、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は水素原子、アルキル基、置換又は非置換の芳香環（縮合環も含む）を示し、R<sub>3</sub>およびR<sub>4</sub>は置換又は非置換の芳香環（縮合環も含む）を示し、MはB、Al、Fe、Ti、Co、Crから選ばれる1種の3価の金属を示し、X<sup>⊕</sup>はカチオンを示す）

【0049】<一般式2>の化合物の具体的な例として

40 は、以下の<帯電制御剤1>～<帯電制御剤3>がある。

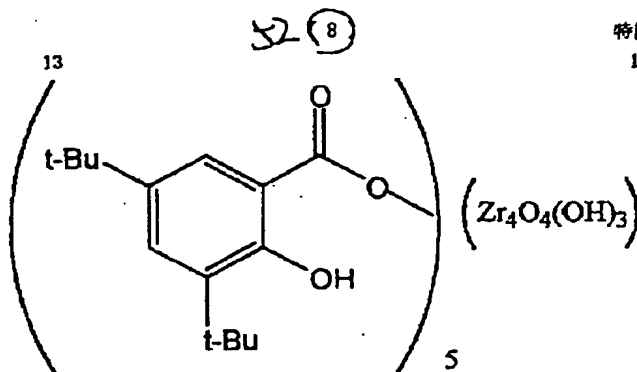
【0050】&lt;帯電制御剤1&gt;

【0051】

【化10】

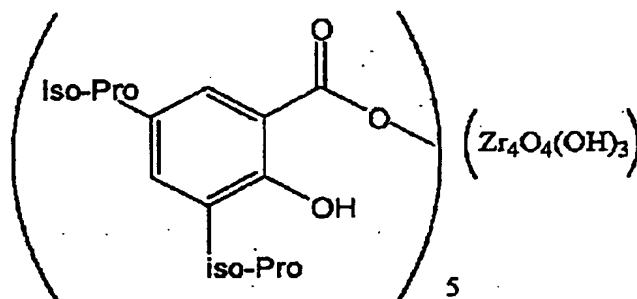


特開 2002-229259  
14



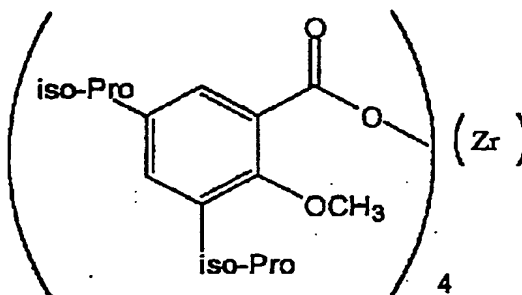
【0052】<帯電制御剤2>  
【0053】

【化11】



【0054】<帯電制御剤3>  
【0055】

【化12】



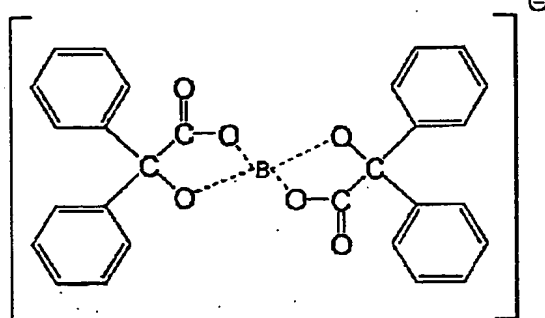
【0056】また、<一般式3>の化合物の具体的な例  
としては、以下の<帯電制御剤4>、<帯電制御剤5>  
がある。

【0057】<帯電制御剤4>  
【0058】  
40 【化13】

特開 2002-229259

15

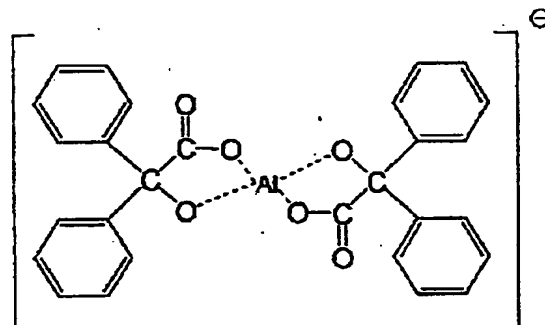
16



【0059】&lt;帯電制御剤5&gt;

【化14】

【0060】



【0061】上記の帯電制御剤は単独で用いても組み合わせて用いても良く、バインダー樹脂に対して0.3～15重量部、好ましくは0.5～5重量部含有させることにより良好な帯電性能が得られる。

【0062】また、本発明のトナーにはこれまで公知の種々のワックス、例えばポリプロピレンワックス、ポリエチレンワックス、ポリアミド系ワックス、フィッシャー・トロプシュワックス等を離型剤として適宜用いることができるが、中でも高級脂肪酸エステル化合物及び／又は脂肪酸アルコール化合物を含有するワックスを離型剤として用いることが好ましい。

【0063】高級脂肪酸エステル化合物及び／又は脂肪酸アルコール化合物を含有するワックスの中でも、カルナウバワックス、モンタン系エステルワックス、ライスワックス、カイガラムシワックス等の天然ワックス、及び／または合成エステル系ワックスが特に好ましい。合成エステル系ワックスとしてはペンタエリスリトールのテトラベヘン酸エステルが特に好ましい。

【0064】これらのワックスは本発明による構造のポリエステル樹脂に最も良好な分散性を示し、定着性、耐オフセット性の改善が顕著である。また、更に、これらのワックスは多数枚、長時間の印刷においても、例えば非磁性一成分現像用トナーとして用いた場合、現像スリーブに押しつけられた帯電部材に付着することなく、トナーに安定した帯電を与え、画像欠陥や地汚れ等が無く、高品位かつ高精細な画像の印刷が可能となる。さら

に、本発明の<一般式1>の着色剤と共に用いてカラー・トナーとした場合、ポリプロピレンワックスのような炭化水素系のワックスと比較して透明性に優れたカラー・トナーが得られる。このような特性を有するカラー・トナーは、透明性があり、鮮やかな投影画像が求められるOHPシートへの印刷、および2色以上を重ねて印刷して良好な色再現性の中間色を印刷する用途に適している。

【0065】カルナウバワックスとしては精製により遊離脂肪酸を除去した脱遊離脂肪酸型カルナウバワックスを用いることが好ましい。脱遊離脂肪酸型カルナウバワックスの酸価としては3以下が好ましく、より好ましくは酸価2以下である。脱遊離脂肪酸型カルナウバワックスは従来のカルナウバワックスより微結晶となりポリエステル樹脂中での分散性が向上する。モンタン系エステルワックスは鉱物より精製されたものであり、精製によりカルナウバワックスと同様に微結晶となりポリエステル樹脂中での分散性が向上する。モンタン系エステルワックスでは酸価として特に30以下であることが好ましい。また、ライスワックスは米ぬかロウを精製したものであり、酸価は13以下であることが好ましい。カイガラムシワックスはカイガラムシ（別名イボタロウムシ）の幼虫が分泌する蠟状成分を、例えば、熱湯に溶かし、上層を分離後冷却固化して、あるいはそれを繰り返すことにより得ることができる。このような手段により精製されたカイガラムシワックスは固体状態において白色であり、極めてシャープな融点を示し本発明におけるトナ

17

一用ワックスとして適している。精製により酸価は10以下となり、トナー用として好ましいのは5以下である。

【0066】上記ワックスは単独で用いても組み合わせで用いても良く、バインダー樹脂に対して0.3～1.5重量部、好ましくは1～5重量部含有させることにより良好な定着オフセット性能が得られる。0.3重量部より少ないと耐オフセット性が損なわれ、1.5重量部より多いとトナーの流動性が悪くなり、また、二成分現像方式においてはキャリア表面に付着することによりスペントキャリアが発生し、トナーの帯電特性に悪影響を与えたり、非磁性一成分現像方式においては現像ロールに圧接された層厚規制部材に付着したりすることになる。

【0067】本発明のトナーを得るための製造方法は、公知慣用の任意の手段に依って得ることができるが、例えば樹脂と着色剤とワックスと必要に応じて各種添加剤を樹脂の融点（軟化点）以上で熔融混練した後、粉碎し、分級することにより得ることが出来る。着色剤は樹脂中に均一に分散するようにあらかじめフラッシング処理、あるいは樹脂と高濃度で熔融混練したマスターバッチを用いても良い。

【0068】具体的には例えば、上記の樹脂と着色剤とワックスとを必須成分として、2本ロール、3本ロール、加圧ニーダー、又は2軸押し出し機等の混練手段により混合する。この際、樹脂中に着色剤が均一に分散すればよく、その熔融混練の条件は特に限定されるものではないが、通常80～180℃で10分～2時間である。混練物は通常クーリングベルト、ローラー等により冷却を行うが、冷却条件により離型剤の分散状態が変化するため、所望の分散状態になるよう冷却条件を設定することができる。

【0069】また、必要に応じて、微粉碎工程における

AEROSIL R972, R974, R202, R805, R812,  
RX200, RY200, R809, RX50,  
RA200HS, RA200H

【日本アエロジル（株）】

WACKER HDK H2000, H1018, H2050EP  
HDK H3050EP, HVK2150

【ワッカーケミカルズイーストアジア（株）】

Nipsil SS-10, SS-15, SS-20, SS-50,  
SS-60, SS-100, SS-50B, SS-50F,  
SS-10F, SS-40, SS-70, SS-72F,

【日本シリカ工業（株）】

CABOSIL TG820F, TS-530, TS-720

【キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク】

外添剤の粒子径は母体トナーである着色粒子の直径の1/3以下であることが望ましく、特に好適には1/10以下である。また、これらの外添剤は、異なる平均粒子径の2種以上を併用してもよい。

【0074】特に非磁性一成分現像用トナーにおいては、粒子径大のものと粒子径小のものとを併用すること

負荷の軽減及び粉碎効率の向上を目的とした粗粉碎を行う。粗粉碎に使用する装置、条件は特に限定されるものではないが、ロータブルスク、パルベライザー等により3mmメッシュパス以下の粒径に粗粉碎するのが一般的である。

【0070】次いで、ターボミル、クリプトロン等の機械式粉碎機、渦巻き式ジェットミル、カウンタージェットミル、衝突板式ジェットミル等のエア式粉碎機で微粉碎し、風力分級機等により分級するという方法が挙げられる。微粉碎、及び分級の装置、条件は所望の粒径、粒径分布、粒子形状になるように選択、設定すれば良い。

【0071】本発明では、トナーの流動性向上、帯電特性改良などトナー母体の表面改質のために種々の添加剤（外添剤と呼ぶ）を用いることができる。本発明で用いることのできる外添剤としては、例えば二酸化珪素、酸化チタン、酸化アルミ、酸化セリウム、酸化亜鉛、酸化錫、酸化ジルコニウム等の無機微粉体及びそれらをシリコンオイル、シランカップリング剤などの疎水化処理剤で表面処理したもの、ポリスチレン、アクリル、スチレンアクリル、ポリエステル、ポリオレフィン、セルロース、ポリウレタン、ベンゾグアナミン、メラミン、ナイロン、シリコン、フェノール、フッ化ビニリデン、テフロン（登録商標）等の樹脂微粉体等が用いられる。

【0072】これらの中でも各種のポリオルガノシロキサンやヘキサメチレンジシラザンやシランカップリング剤等で表面を疎水化処理した二酸化珪素（シリカ）が特に好適に用いることができる。そのようなものとして、例えば、次のような商品名で市販されているものがある。

【0073】

AEROSIL R972, R974, R202, R805, R812,  
RX200, RY200, R809, RX50,  
RA200HS, RA200H

【日本アエロジル（株）】

WACKER HDK H2000, H1018, H2050EP  
HDK H3050EP, HVK2150

【ワッカーケミカルズイーストアジア（株）】

Nipsil SS-10, SS-15, SS-20, SS-50,  
SS-60, SS-100, SS-50B, SS-50F,  
SS-10F, SS-40, SS-70, SS-72F,

【日本シリカ工業（株）】

CABOSIL TG820F, TS-530, TS-720

【キャボット・スペシャルティ・ケミカルズ・インク】

により、トナー流動性及び現像耐久性を向上させ、現像機のブレードへの固着及びカブリの防止、ランニング時における帯電の長期安定性等が得られ、好ましい。

【0075】外添剤の使用割合は母体トナー100重量部に対して、0.05～5重量%、好ましくは0.1～3重量%である。

特開2002-229259

18

(A) 55

特開 2002-229259  
20

19

【0076】前記シリカを、トナー粒子に外添させる方法としては、例えば通常の粉体用混合機であるヘンシェルミキサーなどや、ハイブリダイザー等のいわゆる表面改質機を用いて行うことができる。尚、この外添処理は、トナー粒子の表面にシリカが付着させるようにしても良いし、シリカの一部がトナー粒子に埋め込まれるようにしても良い。

【0077】本発明のトナーを非磁性一成分現像用トナーとして用いる現像方法としては、本発明のトナーをキャリアと混合せずに現像スリーブ上に担持させ、これを静電潜像を有する感光体ドラムと接触させて現像する接触型の非磁性一成分現像方法がある。

【0078】本発明のトナーを非磁性一成分現像用トナーとして用いる場合は、現像スリーブとそれに圧接された帯電付与部材との間をトナーが通過することにより摩擦帯電し、次いで感光体の表面に形成された静電潜像を現像するような接触型の非磁性一成分現像装置に特に有効に使用することが出来る。

【0079】本発明のトナーを非磁性一成分現像用トナーとして用いる場合は、通常の使用条件であれば特に現像装置の帯電付与部材の材質等を限定するものではない。例えばアルミニウム、ステンレス、ウレタンゴム、シリコンゴム製の現像スリーブ、アルミニウム、ステンレス、ジュラルミン、銅、あるいはそれらにウレタンゴム、シリコンゴムを貼り合わせた層厚規制部材等が好適に使用できる。

【0080】本発明のトナーが効果を発現するのに適した現像方法は、現像スリーブと帯電付与部材とのいずれか一方がアルミニウム、ステンレス等の金属である場合であり、最も有効な組み合わせ（現像スリーブ／帯電付与部材）は、ウレタンゴムまたはシリコンゴム製の現像スリーブとステンレス製の帯電付与部材の組み合わせ、またはステンレス製の現像スリーブとウレタンゴムまたはシリコンゴム製の帯電付与部材の組み合わせである。

【0081】また、本発明の静電荷現像用トナーを二成分現像方式で用いる場合、以下に示すようなキャリア（合成例1）

- ・ナフタレンジカルボン酸
- ・テレフタル酸
- ・シクロヘキサジメタノール
- ・ネオペンチルグリコール
- ・エチレングリコール

【0086】以上の原料をガラス製2リットルの四ツロプラスコに入れ温度計、攪拌棒及び窒素導入管を取り付け、電熱マントルヒーター中で、常圧窒素気流下にて240°Cで10時間反応後、順次減圧し、1330Pa（10mmHg）で反応を続行した。反応はASTM-E28-517に準じる軟化点により追跡し、軟化点が105°Cに達した時反応を終了した。

【0087】得られた重合体は、無色の固体であり、酸

を使用することができる。

【0082】キャリアのコア剤は通常二成分現像方式に用いられる鉄粉、マグネタイト、フェライト等が使用できるが、中でも真比重が低く、高抵抗であり、環境安定性に優れ、球形にし易いため流動性が良好なフェライト、またはマグネタイトが好適に用いられる。コア剤の形状は球形、不定形等、特に差し支えなく使用できる。平均粒径は一般的には10~500μmであるが、高解像度画像を印刷するためには30~80μmが好ましい。

【0083】また、これらのコア剤を被覆するコーティング樹脂としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアセテート、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール、ポリ塩化ビニル、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルエーテルポリビニルケトン、塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体、スチレン/アクリル共重合体、オルガノシロキサン結合からなるストレートシリコン樹脂あるいはその変性品、フッ素樹脂、（メタ）アクリル樹脂、ポリエステル、ポリウレタン、ポリカーボネート、フェノール樹脂、アミノ樹脂、メラミン樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、ユリア樹脂、アミド樹脂、エポキシ樹脂、アクリルポリオール樹脂等が使用できる。これらの中でも、特にシリコン樹脂、フッ素樹脂、（メタ）アクリル樹脂が帯電安定性、被覆強度等に優れ、より好適に使用し得る。つまり本発明で用いられる樹脂被覆キャリアは、コア剤としてフェライト、あるいはマグネタイトを用い、シリコン樹脂、フッ素樹脂、（メタ）アクリル樹脂から選ばれる1種以上の樹脂で被覆された樹脂被覆磁性キャリアであることが好ましい。

【0084】

【実施例】以下、実施例及び比較例を用いて、本発明を更に詳細に説明する。なお、以下において、組成表内の数値は『重量部』を表わす。最初にトナーを調製するにあたって用いたバインダー樹脂の合成例を下記に示す。

【0085】

- 130重量部
- 216重量部
- 72重量部
- 104重量部
- 31重量部

値12、DSC測定法によるガラス転移温度70°C、軟化点が106°Cであった。

【0088】合成例1に準じた方法で表-1に示した配合により、結着樹脂を製造した。合成した樹脂の物性値を表-1中に記載した。

【0089】

【表1】

21

表-1. 合成例一覧表

合成例	(1) 酸成分	(2) アルコール成分	酸価	水酸基 価	T <sub>g</sub> ℃	軟化点 ℃
1	NDC 130重量部 TPA 216重量部	NPG 104重量部 EG 31重量部 CHDM 72重量部	12	27	70	106
2	TPA 315重量部	NPG 104重量部 EG 31重量部 CHDM 72重量部	13	28	59	100
3	TPA 268重量部 IPA 50重量部	BPA(2,2)PO 466重量部 EG 40重量部	9	24	62	103

【0090】表中の表示は以下の通り。

- ・NDC: ナフタレンジカルボン酸
- ・TPA: テレフタル酸
- ・IPA: イソフタル酸
- ・BPA(2,2)PO: ビスフェノールAプロピレン  
(実施例1)

&lt;トナーの製造&gt;

- ・合成例1の樹脂 94重量部
- ・C. I. Pigment Yellow 110 3重量部  
(大日本インキ化学工業(株)製、ファストゲンイエローGRO)
- ・<帯電制御剤1>の化合物 1重量部
- ・精製カルナバワックスNo. 1 2重量部  
(酸価5、セラリカNODA(株)製)

をヘンシェルミキサーで混合し、2軸混練機で混練する。このようにして得た混練物を粉碎、分級して体積平

オキサイド2、2モル付加物

- ・NPG: ネオペンチルグリコール
- ・EG: エチレングリコール
- ・CHDM: 1, 4-シクロヘキサンジメタノール

【0091】

均粒子径7.5μmの「トナー原体」を得た。

【0092】

- ・上記「トナー原体」 100重量部
- ・日本アエロジル製シリカ「NAX50」 0.5重量部  
(一次粒子の平均粒子径; 30nm)
- ・日本アエロジル製シリカ「RY200」 0.5重量部  
(一次粒子の平均粒子径; 12nm)

をヘンシェルミキサーで混合の後、篩いかけをして、実施例1のトナーを得た。

を製造した。

【0094】

【0093】以下、実施例1と同様に表-2の配合にて実施例2～実施例6、及び比較例1～比較例3のトナー

【表2】

特開2002-229259  
22

23

(13) 57

特開 2002-229259

24

表-2. 配合表

例	樹脂	着色剤	WAX	帯電制御剤
実施例 1	合成例 1 94部	PIG.Y110 3部	カルナウバ WAX 2部	帯電制御剤 1 1部
実施例 2	合成例 1 94部	PIG.Y110 3部	PETB 2部	帯電制御剤 4 1部
実施例 3	合成例 1 94部	PIG.Y110 3部	カルナウバ WAX 2部	E-84 1部
実施例 4	合成例 1 94部	PIG.Y110 3部	PP WAX 2部	帯電制御剤 4 1部
実施例 5	合成例 2 94部	PIG.Y110 3部	カイガラム WAX 2部	帯電制御剤 5 1部
実施例 6	合成例 2 94部	PIG.Y109/ KET B.111 2部/1部	カルナウバ WAX 2部	帯電制御剤 2 1部
比較例 1	合成例 1 94部	Y-17 3部	カルナウバ WAX 2部	帯電制御剤 4 1部
比較例 2	合成例 1 94部	T.Y.HG 3部	カルナウバ WAX 2部	帯電制御剤 4 1部
比較例 3	合成例 3 94部	PIG.Y110 3部	カルナウバ WAX 2部	帯電制御剤 1 1部

【0085】表中の表示は以下の通り。

- ・PIG. Y110 ; C.I.Pigment Yellow 110「大日本インキ化学工業(株)製、ファストゲンイエローGRO」
- ・T.Y.HG ; Toner Yellow HG VP2155「クラリアントジャパン」製
- ・KET B.111 ; KET Blue 111「大日本インキ化学工業」製
- ・カルナウバWAX ; カルナウバワックスNo. 1(酸価5)  
セラリカNODA(株)製
- ・カイガラムWAX ; 精製雪ロウNo. 1(酸価2)  
セラリカNODA(株)製
- ・PP WAX ; Viscol 550P「三洋化成」製ポリプロピレンワックス
- ・ワックス4 ; ペンタエリスリトールのテトラベヘニン酸エステル
- ・PETB ; ペンタエリスリトールのテトラベヘニン酸エステル
- ・E-84 ; ジサリチル酸亜鉛結晶「オリエント化学」製

【0096】<ヒートロール定着による定着オフセットテスト>市販の非磁性一成分現像方式のプリンタを改造したテスト機にてA-4紙サイズの未定着画像サンプルを作製し、下記仕様のヒートロール定着ユニットを用いて、下記のテスト条件にて定着開始温度、およびオフセット現象の有無を確認した。

ロール材質 上: 四弗化エチレン  
下: HTVシリコン

ロール形状 径: 60mm  
長さ: 370mm

上ロール荷重 : 7kg

上/下ロールニップ幅 : 4mm

紙送り速度 : 100mm/sec

定着開始温度を測定するため下記の式により計算される画像濃度残存比率を求めた。

【0097】画像濃度残存比率=空牢度試験後画像濃度 50

／同左試験前画像濃度

\*画像濃度はマクベス画像濃度計RD-918にて測定した。

\*空牢度試験後画像濃度とは、学振型摩擦堅牢度試験機(荷重: 200g, 擦り操作: 5ストローク)を用いて定着画像を擦った後の画像濃度である。画像濃度残存比率80%以上で実用上問題ないレベルとし、その最低温度を定着開始温度とした。

【0098】オフセット開始温度は定着画像サンプルを観察し、目視にてオフセット現象が認められる温度とした。結果を表-3に示した。

【0099】<印刷耐久テスト>印刷物の画像濃度、地汚れ、マシン内部の汚染、帯電量>

(1) 印刷物の画像濃度、地汚れ

市販の非磁性一成分現像方式のプリンタのカートリッジから専用トナーを抜き、洗浄したカートリッジに、各実

58 (14)

特開 2002-229259

25

施例及び比較例で得られたトナーを充填し、10000枚の連続印字を行い、現像スリーブ上のトナー層が均一であり、なんら欠陥の発生が無い状態を○と判定し、スジ等の不均一部分が発生した場合を×と判定した。印刷物の画像濃度(2cm四方のベタ画像)及び地汚れはマクベス濃度計RD-918で測定した。なお、地汚れは印刷後の白地部濃度からプリント前白紙濃度を差し引いて求めた。その差が0.01未満の時を○、0.01~0.03未満の時を△、0.03以上の時を×とした。結果を表-3に示した。

#### (2) マシン内部の汚れ

10000枚印刷後に現像スリーブの面から、あるいは現像スリーブと帯電付与部材とが接している隙間からのこぼれ、もしくは飛散トナーによる汚れがほとんどない場合を○、やや汚れが発生した場合を△、激しい汚れが発生した場合を×とした。

#### (3) 帯電量

前記の印刷試験と併行して、現像スリーブ上のトナーを吸引ノズルによってファラデーゲージ内に取り込み、帯電量を測定する装置であるトレック社製の吸引式小型帯電量測定装置(Model 210HS-2A)にてトナーの帯電量を測定した。

【0100】<耐熱凝集テスト>100ccの蓋のない円筒形ポリカップにキャリアと混合する前のトナー10gを入れて65℃に設定された恒温槽内に放置した。2

26

4時間経過後ポリカップを取り出し、水平な台の上にゆっくりとポリカップを傾けて中のトナーを出した。その際に、トナー粒子同士の融着による凝集が全くなく、台の上にトナー粉末が広がる状態を○、やや凝集があるが指でつつくと簡単にほぐれる状態を△、台に出しても凝集したままでポリカップに入っていたときの形状をほぼ保っている状態を×とした。結果を表-3に示した。

【0101】<OHP鮮明度の評価>市販の非磁性一成分現像方式のプリンタを用いて、OHPシート上に未定着画像を形成し、別に用意した定着試験器により未定着画像の定着を行った。定着試験器としては、温度センサー内蔵型のヒートロール定着機を用いてロール温度140℃にて行った。ヒートロール(上)はテフロン(デュポン社登録商標)製、下ロールはHTVシリコン製で、荷重は7kg/350mm、ニップ幅は4mm、シート通し速度は50mm/秒で定着を行った。

【0102】以上の手順により作成したOHPシートを、オーバーヘッドプロジェクターにて白色のスクリーンに投影し鮮明度の評価を行った。評価は目視で行い鮮明で透明性のある良好な投影画像であれば○、濁りのある黒みがかった投影画像であれば×とした。結果を表-3に示した。

【0103】

【表3】

27

表-3. テスト結果

	OHP 透過性	耐熱 凝集性	定着開始 温度 ℃	初打 開始温度 ℃	印刷付 初期	5000 枚 印刷時	10000 枚 印刷時	リ-フ上 の欠陥	マシン内 部の汚れ
実施例 1	○	○	105	150	画像濃度	1.20	1.20	○	○
					地汚れ	○	○		
					帯電量	-32	-31		
実施例 2	○	○	105	160	画像濃度	1.20	1.21	○	○
					地汚れ	○	○		
					帯電量	-32	-30		
実施例 3	○	○	105	150	画像濃度	1.20	1.18	○	△
					地汚れ	○	△		
					帯電量	-29	-25		
実施例 4	△	○	115	160	画像濃度	1.20	1.18	△	△
					地汚れ	○	△		
					帯電量	-27	-23		
実施例 5	○	△	105	150	画像濃度	1.20	1.20	○	○
					地汚れ	○	○		
					帯電量	-31	-30		
実施例 6	○	△	105	150	画像濃度	1.30	1.30	○	○
					地汚れ	○	○		
					帯電量	-31	-30		
比較例 1	○	○	105	150	画像濃度	1.20	1.18	△	×
					地汚れ	○	△		
					帯電量	-29	-25		
比較例 2	○	○	100	150	画像濃度	1.20	1.16	○	×
					地汚れ	○	○		
					帯電量	-30	-26		
比較例 3	○	○	115	155	画像濃度	1.20	1.19	×	×
					地汚れ	○	△		
					帯電量	-28	-26		

【0104】表中の表示は次の通り。

\*「帯電量」:  $\mu\text{C/g}$ 

【0105】(実施例7) 実施例1のトナー4部とパウダーテック社製キャリア「フェライトキャリアF-150」96部を摩擦混合させて現像剤を調整した。この現像剤を東芝(株)製複写機「BD-3504」の現像装置に入れて50000枚の連続印字テストを行った。その結果、印刷初期と連続印刷後の印刷物の画像濃度変化が無く、画像欠陥や地汚れのない良好な画質の印刷物が得られた。また、マシン内部を飛散トナー等により汚染することなく連続印刷が行えた。

【0106】(比較例4) 比較例2のトナー4部とパウダーテック社製キャリア「フェライトキャリアF-150」96部を摩擦混合させて現像剤を調整した。この現像剤を実施例7と同様に、東芝(株)製複写機「BD-3504」の現像装置に入れて50000枚の連続印字テストを行った。その結果、連続印刷後期の印刷物の画像濃度は印刷初期よりも低くなり、また、地汚れが認められる低画質の印刷物となった。さらに、マシン内部は飛散ト

ナー等により汚染されていた。

【0107】(比較例5) 比較例3のトナー4部とパウダーテック社製キャリア「フェライトキャリアF-150」96部を摩擦混合させて現像剤を調整した。この現像剤を実施例7と同様に、東芝(株)製複写機「BD-3504」の現像装置に入れて50000枚の連続印字テストを行った。その結果、連続印刷後期の印刷物の画像濃度は印刷初期よりも低くなり、また、地汚れが認められる低画質の印刷物となった。さらに、マシン内部は飛散トナー等により汚染されていた。

【0108】以上の結果より、比較例のトナーは現像装置からのトナーのこぼれ、飛散が多く、マシン内部を汚染することが判る。また、アルコール成分として芳香族系ジオールのみを用いたポリエステルを使用した比較例3のトナーでは、樹脂以外の組成が同一である実施例1のトナーと比較して定着温度が高くなる。更に、印刷耐久テストにおいて10000枚印刷後の現像スリーブ上のトナー層は不均一であり、現像スリーブの円周方向に筋状の欠陥が発生していた。また、現像スリーブに圧接



60 (16)

29

された層厚規制部材には現像スリーブと接触していた部分に固着物が見られた。さらに、印刷枚数が増加するにつれて画像濃度が低下し、現像方向に筋状の汚れが認められ、地汚れも増加して印刷品質の劣る印刷画像となった。

【0109】

【発明の効果】本発明のトナーは、低温定着及び耐オフセット性に優れており、高速印刷時の低エネルギー条件

特開 2002-229259

30

でのヒートロール定着において優れた熱特性を発揮する。また、連続印刷した際も安定な帯電挙動を示し、画像濃度の変動がない良好な画像が得られる長寿命の現像剤を得ることができる。さらに、本発明のトナーは透明性に優れ、幅広い温度領域で良好な定着・オフセット特性を示すため、オイルレスヒートロール定着方式のカラートナーとしても適している。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**